(Translation)



# PATENT OFFICE JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of the followi ng application as filed with this office.

Date of Application:

21 January 2000

Application Number: 2000-013089

Applicant(s): NITTO BOSEKI CO., LTD.

16 February 2001

Kozo Oikawa Commissioner, Patent Office (sealed)

Issuance No. 2001-3008369

# 日本国特許庁

# PATENT OFFICE JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 1月21日

出願番号

Application Number:

特願2000-013089

日東紡績株式会社



RECEIVED MPR -4 2001 -TC 1700 MAIL ROOM

2001年 2月16日

特 許 庁 長 官 Commissioner, Patent Office





#### 特2000-013089

【書類名】 特許顯

【整理番号】 NP-1691A

【提出日】 平成12年 1月21日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C03C 13/00

【発明の名称】 耐熱性ガラス繊維及びその製造方法

【請求項の数】 5

【発明者】

【住所又は居所】 福島県福島市鎌田字西9-41

【氏名】 田邨 進一

【特許出願人】

【識別番号】 000003975

【氏名又は名称】 日東紡績株式会社

【代表者】 相良 敦彦

【代理人】

【識別番号】 100080850

【弁理士】

【氏名又は名称】 中村 静男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006976

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9717869

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 耐熱性ガラス繊維及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 繊維全体として、実質上重量%で、 $SiO_2$  56~58. 5%、 $Al_2O_3$  12~17%、CaO 16~27%、MgO 1~9%、 $Na_2O$  0~1%、 $K_2O$  0~1%を含み、 $B_2O_3$ および $F_2$ を含まないガラス組成を有し、かつ表層部が $SiO_2$ 含有率90重量%以上のシリカ質ガラスからなることを特徴とする耐熱性ガラス繊維。

【請求項2】  $SiO_2$ 含有率90重量%以上のシリカ質ガラスからなる表層部の厚さが0.1~1.0  $\mu$  mである請求項1に記載の耐熱性ガラス繊維。

【請求項3】 紡糸温度(粘度が100Pa・sのガラスの溶融温度)と液相温度との差ΔTが30℃以上である請求項1または2に記載の耐熱性ガラス繊維。

【請求項4】 重量%で、 $SiO_2$  56~58.5%、 $A1_2O_3$  12~17%、CaO 16~27%、MgO 1~9%、 $Na_2O$  0~1%、 $K_2O$  0~1%を含み、 $B_2O_3$ および $F_2$ を含まない組成を有するガラス繊維の表面を、鉱酸で酸処理することを特徴とする請求項1、2または3に記載の耐熱性ガラス繊維の製造方法。

【請求項5】 鉱酸として、HC1、 $H_2SO_4$ および $HNO_3$ の中から選ばれる少なくとも1種 $1\sim1$ 0重量%を含む水溶液を用い、 $0\sim9$ 0 $\mathbb C$ の温度で酸処理する請求項4に記載の方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐熱性ガラス繊維およびその製造方法に関する。さらに詳しくは、 本発明は、自動車用マフラーなどに好適に使用される、耐熱性に優れると共に、 紡糸が容易で、かつ安価な耐熱性ガラス繊維、およびこのものを効率よく製造す る方法に関するものである。

[0002]

# 【従来の技術】

自動車用マフラーは、排気音を吸収するための部品であり、その吸音材として、現在ガラス繊維が使用されている。しかしながら、最近の自動車エンジンの省エネルギー化および排ガス規制に伴い、エンジン温度が上昇し、その結果排気ガス温度もマフラー部において、現在700℃以上となってきており、さらに、排ガス規制が厳しくなる2002年ではマフラー部の排気ガス温度が850℃以上になるとされている。そのため、マフラーに使用される吸音材の高耐熱性化(900℃に対応)が急務になってきている。

#### [0003]

耐熱性ガラス繊維としては、Eガラスの繊維を酸処理したものが知られている(特開平5-147975号公報)。このものは、組成が、 $SiO_2$   $50\sim6$ 3重量%、 $A1_2O_3$   $12\sim16重量%$ 、 $B_2O_3$   $8\sim13%重量%$ 、CaO+MgO  $15\sim20重量%$ 、 $Na_2O+K_2O$ 微量である一般的なEガラス繊維を、例えば濃度 $9\sim12$ 重量%の塩酸を用いて、 $40\sim70$  C の温度で、約30分~数時間、浸漬処理することにより、表層部を $SiO_2$ 含有率80重量%以上のシリカ質ガラスにし、耐熱性を付与したものである。

#### [0004]

この酸処理Eガラス繊維は、紡糸温度と液相温度の差が大きくて紡糸が容易であり、かつ安価であるなどの長所を有しているが、排気ガス温度が850℃以上のマフラー部における吸音材用としては、耐熱性が不十分であり、使用しにくいという欠点を有している。

このため、該吸音材用として、耐熱性の高いSガラス繊維の使用が考えられるが、このSガラスは非常に高価である。

#### [0005]

#### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような事情のもとで、耐熱性に優れると共に、紡糸が容易でかつ安価であって、排気ガス温度が850℃以上の自動車マフラー部における吸音 材などとして好適な耐熱性ガラス繊維を提供することを目的とするものである。

[0006]

### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記の好ましい性質を有する耐熱性ガラス繊維を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、酸処理ガラス繊維の耐熱性を向上させるには、酸処理前のガラス軟化点が高く、かつ酸処理が容易な組成をもつガラスが必要であることに着目し、特定の組成をもつガラスが、Eガラスよりも軟化点が高く、かつ紡糸および酸処理が容易であって、しかも安価であり、このものからなるガラス繊維を、鉱酸で酸処理することにより、その目的を達成しうることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

# [0007]

すなわち、本発明は、繊維全体として、実質上重量%で、 $SiO_2$  56~58.5%、 $A1_2O_3$  12~17%、CaO 16~27%、MgO 1~9%、 $Na_2O$  0~1%、 $K_2O$  0~1%を含み、 $B_2O_3$ および $F_2$ を含まないガラス組成を有し、かつ表層部が $SiO_2$ 含有率90重量%以上のシリカ質ガラスからなることを特徴とする耐熱性ガラス繊維を提供するものである。

#### [0008]

この耐熱性ガラス繊維は、本発明に従えば、重量%で、 $SiO_2$   $56\sim58$  . 5%、 $A1_2O_3$   $12\sim17\%$ 、CaO  $16\sim27\%$ 、MgO  $1\sim9\%$ 、 $Na_2O$   $0\sim1\%$ 、 $K_2O$   $0\sim1\%$ を含み、 $B_2O_3$ および $F_2$ を含まない組成を有するガラス繊維の表面を、鉱酸で酸処理することにより、製造することができる。

#### [0009]

#### 【発明の実施の形態】

本発明の耐熱性ガラス繊維は、重量%で、 $SiO_2$  56~58.5%、 $A1_2$   $O_3$  12~17%、CaO 16~27%、MgO 1~9%、 $Na_2O$  0~1%、 $K_2O$  0~1%を含み、 $B_2O_3$ および $F_2$ を含まない組成をもつガラス繊維(以下、変性前ガラス繊維と称す。)の表層部を、 $SiO_2$ 含有率90重量%以上のシリカ質ガラスに変性したものであり、繊維全体としてのガラス組成は、実質的に上記組成と変わらない。

#### [0010]

前記ガラス繊維において、SiO<sub>2</sub>は、ガラスの耐熱性を向上させる成分であって、変性前のガラス繊維におけるその含有量が56重量%未満では十分な耐熱性が発揮されないし、58.5重量%を超えると溶融温度が高くなり、紡糸性が悪化すると共に、後述の酸処理が難しくなる。

#### [0011]

 $A1_2O_3$ は、ガラスの耐水性を向上させると共に、液相温度を下げる成分であって、変性前のガラス繊維におけるその含有量が12重量%未満であったり、17重量%を超えると液相温度が高くなり、紡糸性が悪くなる。

CaOは、ガラスの耐水性を向上させると共に、ガラスの粘度を下げ、溶融性を向上させる成分であって、変性前のガラス繊維におけるその含有量が16重量%未満では溶融温度が高くなりすぎるし、27重量%を超えると液相温度が高くなり紡糸性が悪くなる。

#### [0012]

MgOは、ガラスの粘度を下げ、溶融性を向上させる成分であって、変性前のガラス繊維におけるその含有量が1重量%未満であったり、9重量%を超えると液相温度が高くなり、紡糸性が悪くなる。

Na<sub>2</sub>OおよびK<sub>2</sub>Oは、ガラスの粘度を下げ、溶融性を向上させる成分であって、変性前のガラス繊維におけるその含有量は、それぞれ0~1重量%の範囲で用いられ、それらの合計含有量が2重量%を超えると耐熱性が悪くなる傾向がある。

# [0013]

本発明のガラス繊維においては、本発明の目的が損なわれない範囲で、前記成分以外に、原料の不純物として、通常必然的に混入する $\operatorname{Fe}_2\operatorname{O}_3$ 、 $\operatorname{TiO}_2$ 、 $\operatorname{Srot}$  である。ただし、本発明の対ラス繊維においては、 $\operatorname{P2O}_5$  などの成分を含有することができる。変性前のガラス繊維における、これらの成分の合計含有量は、一般に1.5 重量%以下である。ただし、本発明のガラス繊維においては、 $\operatorname{P2O}_3$  および $\operatorname{F2}_2$  は含有しない。

[0014]

本発明のガラス繊維においては、変性前のガラス繊維における軟化点は、通常850℃以上、好ましくは880℃以上である。なお、Eガラスの軟化点は、一般に840℃程度である。また、紡糸温度 [粘度が100Pa・s (パスカル・砂)のガラスの溶融温度]と液相温度との差△Tが、通常30℃以上である。該△Tは紡糸性を表し、その値が30℃未満では紡糸性が悪く、好ましくない。

#### [0015]

炉の中のガラスがある箇所で設定温度に達していても、壁面側の温度は下がっていることが多い。この場合、設定温度より低い溶融ガラスが紡糸装置におけるブッシングに近づくにつれ、液相温度より下がることがあると一部失透が起こり、紡糸切断が起きやすくなる。したがって、△Tが大きいほど紡糸が容易となる。本発明においては、この△Tは50℃以上であるのが、特に好ましい。

さらに、液相温度は、通常1160~1230℃の範囲であり、紡糸温度は、 通常1230~1280℃の範囲である。

#### [0016]

本発明のガラス繊維は、その表層部が $SiO_2$ 含有率90重量%以上のシリカ質ガラスからなることを特徴とするものであり、この表層部における $SiO_2$ 含有率が90重量%未満では所望の耐熱性が得られない。この $SiO_2$ 含有率が90重量%以上の表層部の厚さは、 $0.1\sim1.0\mu$  mの範囲にあるのが好ましい。この表層部の厚さが $0.1\mu$  m未満では耐熱性が十分に発揮されないおそれがあるし、 $1.0\mu$  mを超えると表層部と内層ガラスとの間で収縮率の差が大きくなり、該表層部にクラックが入る原因となる。

また、本発明のガラス繊維の平均径は、用途により異なるが、通常  $9\sim24~\mu$ m、好ましくは  $9\sim18~\mu$  mの範囲である。

#### [0017]

本発明のガラス繊維の製造方法としては、前記性状のガラス繊維が得られる方法であればよく、特に制限はないが、以下に示す本発明の方法により、効率よく製造することができる。

本発明の方法においては、まず、重量%で、SiO<sub>2</sub> 56~58.5%、A 1<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 12~17%、CaO 16~27%、MgO 1~9%、Na<sub>2</sub>O  $0\sim1$ %、 $K_2$ O  $0\sim1$ %を含み、 $B_2$ O $_3$ および $F_2$ を含まない組成を有し、かつ平均径が $9\sim2$ 4 $\mu$ m、好ましくは $9\sim1$ 8 $\mu$ mのガラス繊維を、常法に従って作製する。

#### [0018]

次に、このガラス繊維の表面を、鉱酸により酸処理し、繊維表面付近にあるアルカリ土類金属、アルカリ金属、アルミナなどのシリカ以外の成分を溶出させたのち、水洗し、さらに加熱乾燥処理する。

#### [0019]

上記酸処理は、通常鉱酸として、HC1、 $H_2SO_4$ および $HNO_3$ の中から選ばれる少なくとも1種、好ましくはHC1  $1\sim10$  重量%を含む水溶液中に浸漬することにより、行われる。この際の該水溶液の温度は、好ましくは $0\sim90$  で、より好ましくは $20\sim80$  での範囲である。この温度が0 で未満では酸処理速度が遅すぎて実用的でないし、90 でを超えると作業性の点から好ましくない。酸処理時間は、鉱酸水溶液の濃度や処理温度などに左右され、一概に定めることはできないが、通常5分 $\sim5$  時間程度で十分である。

#### [0020]

このような酸処理により、ガラス繊維には、SiO<sub>2</sub>含有率90重量%以上のシリカ質ガラスからなる厚さ0.1~1.0μm程度の表層部が形成され、850℃以上の高温に耐える耐熱性ガラス繊維が得られる。上記酸処理により形成された該シリカ質ガラスからなる表層部は、通常多孔質状であり、またその組成分析は、光電子分光装置により、行うことができる。

#### [0021]

#### 【実施例】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの 例によってなんら限定されるものではない。

#### [0022]

なお、紡糸前ガラスおよびガラス繊維の諸特性は、以下に示す方法に従って求めた。

〈紡糸前ガラスの特性〉

#### (1) 紡糸温度

紡糸前のガラス試料について、高温回転粘度計を用い、その紡糸温度(粘度が 100Pa・sのガラスの溶融温度)を測定した。

#### (2) 液相温度

新糸前のガラス試料を、直径約500~1000μmの粉末にし、これを白金ボートに入れ、温度勾配のある炉内に投入し、12時間保持したのち、取り出した試料について、失透の発生位置を顕微鏡により観察する方法により、液相温度(その温度以上では、ガラス中に結晶が存在しない温度)を測定した。

#### $(3)\Delta T$

上記(1)の紡糸温度と(2)の液相温度との差を△Tとした。

#### (4) 軟化点

JIS R3104「ガラスの軟化点測定方法」に基づき測定した。

[0023]

〈ガラス繊維の特性〉

#### (5)酸処理性

酸処理前のガラス繊維2gを、70℃の3重量%塩酸200ミリリットル中に45分間浸漬した際の重量減少率を求め、酸処理性を評価した。

#### (6) 耐熱性

酸処理ガラス繊維をアルミナ繊維マット上に置き、電気炉中にて900℃で1 0時間加熱したのち、繊維の変化を観察し、次の基準で耐熱性を評価した。

◎:繊維のしなやかさがほぼ保たれている。

〇:繊維のしなやかさが半ば失われている。

Δ:繊維の形状は残っているが、しなやかさがほとんど失われている。

×:繊維が融着して変形している。

[0024]

# (7) 加熱後減少率

酸処理後のガラス繊維を850℃、1時間加熱する前と後の重量差から加熱後 重量減少率(%)を求めた。

(8) SiO<sub>2</sub>含有率90重量%以上の表層部の厚さ

上記(7)で求めた加熱後重量減少率から、下記の計算式により、算出された値を「SiO<sub>2</sub>含有率90重量%以上の表層部の厚さ」とした。

表層部の厚み=酸処理前の繊維径-酸処理後の繊維径

=酸処理前の繊維径×(1 - (1 - 加熱後重量減少率× 0 . 6 6 )  $^{0.5}$ )

[0025]

実施例1~5および比較例1~6

表1および表2に示す組成になるように、各ガラス原料を調合し、白金ルツボを用いて1500℃で8時間溶融したのち、この溶融ガラスをカーボン板上に流し出して、各ガラス試料を得た。このガラス試料の紡糸温度、液相温度、ΔTおよび軟化点を表1および表2に示す。

[0026]

次いで、上記ガラス試料を用い、常法に従って、平均径13μmのガラス繊維を紡糸した。このガラス繊維の酸処理性を表1および表2に示す。

次に、上記ガラス繊維を、70  $\mathbb C$  03 重量%濃度の塩酸中に 45 分間浸漬して酸処理したのち、水洗、乾燥処理することにより、酸処理ガラス繊維を作製した。この酸処理ガラス繊維の耐熱性および  $SiO_2$  含有量 90 重量%以上の表層部の厚さを表 1 および表 2 に示す。

[0027]

なお、比較例1のガラス組成は、Eガラス(米国特許第2334961号明細書)、比較例2のガラス組成は、ECRガラス(米国特許第3847627号明細書)、比較例3のガラス組成は、米国特許第5789329号明細書に記載されたガラス、比較例4のガラス組成は、Sガラス(米国特許第3402055号明細書)のものである。

比較例5および6のガラス組成は、ガラス成分については本発明で用いるガラス成分と同じであるが、その中の一部の成分の含有量が、本発明で規定された範囲外のものである。

[0028]

# 【表1】

表1

|       |                               | 実 施 例 |      |      |      |      |  |
|-------|-------------------------------|-------|------|------|------|------|--|
|       |                               | 1     | 2    | 3    | 4    | 5    |  |
|       | S i O <sub>2</sub>            | 58.0  | 57.7 | 57.5 | 58.0 | 57.7 |  |
|       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |       | _    | 1    | _    |      |  |
|       | A 1 2 O 3                     | 16.0  | 13.5 | 14.3 | 13.0 | 15.0 |  |
| ガラス組成 | CaO                           | 16.7  | 25.3 | 25.2 | 25.4 | 24.0 |  |
| (重量%) | MgO                           | 8.3   | 3.0  | 2.8  | 3.0  | 2.8  |  |
|       | Na <sub>2</sub> O             | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0  | 0.0  |  |
|       | K 2 O                         | 1.0   | 0.5  | 0.5  | 0.6  | 0.5  |  |
|       | F e 2 O 3                     | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0  | 0.0  |  |
|       | TiO2                          | _     | _    | _    | _    | _    |  |
|       | ZnO                           |       | _    | _    |      | _    |  |
|       | 紡糸温度 (℃)                      | 1277  | 1246 | 1242 | 1246 | 1262 |  |
| ガラス特性 | 液相温度 (℃)                      | 1220  | 1174 | 1181 | 1188 | 1200 |  |
|       | ΔΤ (°C)                       | 57    | 72   | 61   | 58   | 62   |  |
|       | 軟 化 点 (℃)                     | 915   | 887  | 885  | 890  | 902  |  |
|       | 酸処理性"(%)                      | 6.0   | 7.0  | 9.0  | 6.0  | 7.0  |  |
| ガラス繊維 | 加熱後減少率(%)                     | 12    | 14   | 18   | 12   | 14   |  |
| 特性    | 表層部の厚さ"(μェ)                   | 0.64  | 0.75 | 0.98 | 0.60 | 0.70 |  |
|       | 耐 熱 性<br>(900 ℃、10時間)         | 0     | 0    | 0    | 0    | 0    |  |

[0029]

# 【表2】

表 2

|       |                      | 30. 2 |    |      |      |            |      |      |
|-------|----------------------|-------|----|------|------|------------|------|------|
|       |                      |       |    | 比    | 較    | <i>6</i> 9 |      |      |
|       |                      | 1     |    | 2    | 3    | 4          | 5    | 6    |
|       | SiO2                 | 54.   | .6 | 59.0 | 60.0 | 65.0       | 57.5 | 57.8 |
|       | B 2 O 3              | 7.    | .0 |      | _    |            |      | _    |
|       | A 1 2 O 3            | 14.   | .3 | 12.0 | 12.9 | 25.0       | 14.0 | 17.5 |
| ガラス組成 | CaO                  | 22    | .3 | 21.5 | 23.1 | _          | 27.5 | 16.1 |
| (重量%) | MgO                  | 0     | .8 | 2.8  | 3.0  | 10.0       | 0.4  | 8.1  |
|       | Na <sub>2</sub> O    | 0     | .3 | 0.2  | 0.0  | 0.0        | 0.0  | 0.0  |
|       | K <sub>2</sub> O     | 0     | .3 | 0.2  | 0.6  |            | 0.5  | 0.5  |
|       | F e 2 O 3            | 0     | .2 | 0.2  | 0.3  |            | 0.1  | 0.0  |
|       | T i O 2              | 0     | .2 | 2.0  | 0.1  |            | _    | -    |
|       | ZnO                  |       | -  | 2.1  |      |            |      | _    |
|       | 紡糸温度 (で              | ) 12  | 00 | 1250 | 1278 | 1480       | 1250 | 1291 |
| ガラス特性 | 液相温度 (气              | ;) 10 | 70 | 1160 | 1192 | 1474       | 1249 | 1270 |
|       | ΔΤ ("                | ;) 1  | 30 | 90   | 86   | 6          | 1    | 21   |
|       | 軟化点 (で               | ;) 8  | 40 | 890  | 916  | 1050       | 895  | 930  |
|       | 酸処理性"(%              | ) 12  | .0 | 0.2  | 0.4  | 0.1        | 8.7  | 6.0  |
| ガラス繊維 | 加熱後現象率(%             | 2     | 4  | 0.4  | 0.8  | 0.2        | 17   | 12   |
| 特性    | 表層部の厚さ"(μ面           | ) 1.  | 40 | 0.02 | 0.04 | 0.01       | 0.92 | 0.64 |
|       | 耐 熱 性<br>(900 ℃、10時間 | ) 4   | 7  | ×    | ×    | 0          | 0    | 0    |

[0030]

# (注)

- 1) 酸処理性:酸処理による重量減少率で表す。
- 2) 表層部の厚さ: $SiO_2$ 含有率90重量%以上の表層部の厚さである。

[0031]

表1および表2から分かるように、実施例 $1\sim5$ においては、いずれも $\Delta$ Tが $5\,0$  $\nabla$ 以上であって紡糸性に優れ、かつ酸処理性も良好で、厚さ $0.6\,0\sim0$ .

98 $\mu$ mのシリカ質ガラス(SiO<sub>2</sub>含有率90重量%以上)からなる表層部を有し、耐熱性に優れるものになっている。

[0032]

比較例 1 は、E ガラスの組成を有し、紡糸性および酸処理性に優れており、シリカ質ガラスからなる表層部の厚さも 1 . 4 0  $\mu$  mと厚いが、酸処理前のガラスの軟化点が 8 4 0  $\Sigma$  と、実施例 1  $\sim$  5 の軟化点(8 8 5  $\sim$  9 1 5  $\Sigma$ )に比べてかなり低く、その結果、耐熱性は、実施例 1  $\sim$  5 のものに比べて劣っている。

[0033]

比較例2は、ECRガラス(耐蝕性ガラス)組成を有し、紡糸性は良いものの、酸処理性が悪く、シリカ質ガラスからなる表層部の厚さが 0.02μmと薄くて耐熱性が極めて悪い。

比較例 3 は、S i O 2 含有量が高く、紡糸性は良好であるものの、酸処理性が悪く、シリカ質ガラスからなる表層部の厚さが 0 . 0 4  $\mu$  m と薄くて耐熱性が極めて悪い。

[0034]

比較例4は、Sガラスの組成を有し、紡糸性および酸処理性は共に悪く、シリカ質ガラスからなる表層部の厚さも0. 01μmと極めて薄く、ほとんど酸処理効果は認められないが、軟化点が1050℃と高いため、比較的良好な耐熱性を有している。

比較例5および6は、実施例 $1\sim5$ と同様に酸処理性が良好で、シリカ質ガラスからなる表層部の厚さが厚く、耐熱性に優れているが、 $\Delta$ Tが小さく、紡糸性が悪い。

[0035]

【発明の効果】

本発明によれば、耐熱性に優れると共に、紡糸が容易であって、排気ガス温度が850℃以上の自動車マフラー部における吸音材などとして好適な耐熱性ガラス繊維が容易に得られる。

また、本発明の耐熱性ガラス繊維は、繊維全体として、 $SiO_2$ と $Al_2O_3$ との合計含有量が82重量%以下であるため、発ガン性の問題はなく、また、有害

# 特2000-013089

または高価な原料を使用しないため、環境汚染が少なく、安価である。

【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 自動車マフラーなどに好適に使用される、耐熱性に優れると共に、紡糸が容易で、かつ安価な耐熱性ガラス繊維、およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 繊維全体として、実質上重量%で、 $SiO_2$  56~58.5%、 $A1_2O_3$  12~17%、CaO 16~27%、MgO 1~9%、 $Na_2$  O 0~1%、 $K_2O$  0~1%を含み、 $B_2O_3$ および $F_2$ を含まないガラス組成を有し、かつ表層部が $SiO_2$ 含有率90重量%以上のシリカ質ガラスからなる耐熱性ガラス繊維、および上記組成を有するガラス繊維の表面を鉱酸で酸処理して、該耐熱性ガラス繊維を製造する方法である。

【選択図】 なし

# 特2000-013089

【書類名】 手続補正書

【整理番号】 NP1691A-AM

【提出日】 平成13年 1月17日

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2000- 13089

【補正をする者】

【識別番号】 000003975

【氏名又は名称】 日東紡績株式会社

【代理人】

【識別番号】 100080850

【弁理士】

【氏名又は名称】 中村 静男

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0024

【補正方法】 変更

【補正の内容】 1

【手続補正 2】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0028

【補正方法】 変更

【補正の内容】 2

【プルーフの要否】 要

[0024]

(7) 加熱後減少率

酸処理後のガラス繊維を850℃、1時間加熱する前と後の重量差から加熱後 重量減少率(%)を求めた。

(8) SiO<sub>2</sub>含有率90重量%以上の表層部の厚さ

上記 (7) で求めた加熱後重量減少率から、下記の計算式により、算出された値を「SiO<sub>2</sub>含有率90重量%以上の表層部の厚さ」とした。

表層部の厚み

)

=酸処理前の繊維径×(1-(1-加熱後重量減少率×0.66)<sup>0.5</sup>

【0028】 【表1】

表 1

|       |                     |                                       | 実 施 例 |      |      |      |      |  |
|-------|---------------------|---------------------------------------|-------|------|------|------|------|--|
|       |                     |                                       | 1     | 2    | 3    | 4    | 5    |  |
|       | SiO2                |                                       | 58.0  | 57.7 | 57.5 | 58.0 | 57.7 |  |
|       | B 2 O 3             |                                       | _     | _    | _    | _    |      |  |
|       | A 1 2 O 3           |                                       | 16.0  | 13.5 | 14.3 | 13.0 | 15.0 |  |
| ガラス組成 | CaO                 |                                       | 16.7  | 25.3 | 25.2 | 25.4 | 24.0 |  |
| (重量%) | MgO                 |                                       | 8.3   | 3.0  | 2.8  | 3.0  | 2.8  |  |
|       | Na2O                |                                       | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0  | 0.0  |  |
|       | K 2 O               |                                       | 1.0   | 0.5  | 0.5  | 0.6  | 0.5  |  |
|       | F e 2O3             | · · · · · · · · · · · · · · · · · · · | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0  | 0.0  |  |
|       | TiO2                |                                       |       |      | _    | _    | _    |  |
|       | ZnO                 |                                       | _     |      | _    | _    | _    |  |
|       | 紡糸温度                | (°C)                                  | 1277  | 1246 | 1242 | 1246 | 1262 |  |
| ガラス特性 | 液相温度                | (℃)                                   | 1170  | 1174 | 1181 | 1188 | 1200 |  |
|       | ΔΤ                  | (℃)                                   | 57    | 72   | 61   | 58   | 62   |  |
|       | 軟 化 点               | (℃)                                   | 915   | 887  | 885  | 890  | 902  |  |
|       | 酸処理性1)              | (%)                                   | 6.0   | 7.0  | 9.0  | 6.0  | 7.0  |  |
| ガラス繊維 | 加熱後減少率              | (%)                                   | 12    | 14   | 18   | 12   | 14   |  |
| 特性    | 表層部の厚さ2)            | (µm)                                  | 0.64  | 0.75 | 0.98 | 0.60 | 0.70 |  |
|       | 耐 熱 性<br>(900 ℃、100 | 時間)                                   | 0     | 0    | 0    | 0    | 0    |  |

# 出願人履歴情報

識別番号

[000003975]

1. 変更年月日

1990年 8月29日

[変更理由]

新規登録

住 所

福島県福島市郷野目字東1番地

氏 名

日東紡績株式会社